

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-244681

(43)公開日 平成11年(1999) 9月14日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

B 0 1 F 13/08

B 0 1 F 13/08

Z

15/06

15/06

Z

G 0 1 N 1/36

G 0 1 N 1/28

Y

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平10-51931

(22)出願日 平成10年(1998) 3月4日

(71)出願人 000183406

住友電装株式会社

三重県四日市市西末広町 1 番14号

(72)発明者 川村 健一

三重県四日市市西末広町 1 番14号 住友電装株式会社内

(72)発明者 真鍋 礼男

三重県四日市市西末広町 1 番14号 住友電装株式会社内

(72)発明者 横田 義光

三重県四日市市西末広町 1 番14号 住友電装株式会社内

(74)代理人 弁理士 吉田 茂明 (外 2 名)

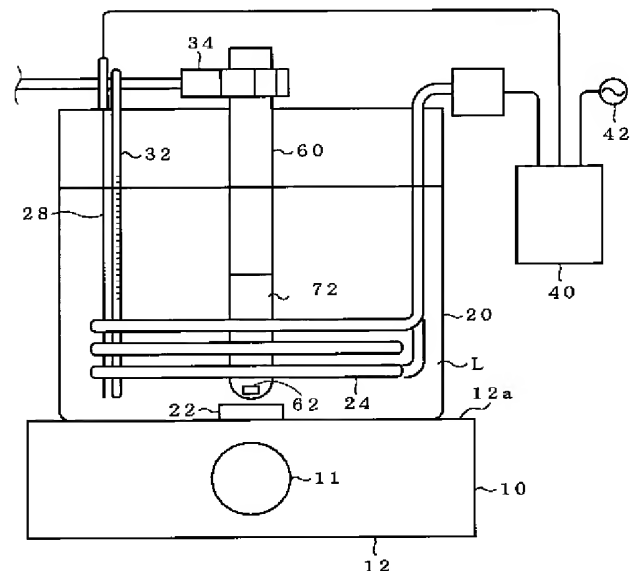
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 加熱攪拌装置、加熱攪拌方法及びポリブチレンテレフタレート末端カルボキシル基定量法

(57)【要約】

【課題】 個人差等生じることなくより正確な試験結果を得ることが可能な加熱攪拌装置を提供すること。

【解決手段】 載置台 10 上に載置された容体 20 内に加熱用の媒体となる液体 L が注入される。この液体 L は、加熱手段 24、温度検出手段 28 及び加熱制御手段 40 により、所定温度に保たれている。その容体 20 内に液体攪拌用磁石 22 が設けられるとともに、液体 L に浸漬された試験管 60 内に試料攪拌用磁石 62 が設けられている。載置台 10 に設けられた攪拌駆動部の回転駆動により、上記液体攪拌用磁石 22 及び試料攪拌用磁石 62 が回転し、容体 20 内の液体 L が攪拌されるとともに、試験管 60 内の試料及び溶剤が攪拌される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料及び溶剤を入れた試験管を加熱しながら攪拌するための加熱攪拌装置であって、加熱用の媒体となる液体を注入するための容体と、前記容体内に収容されて、前記液体を攪拌するための第1の攪拌用磁石と、前記第1の攪拌用磁石の磁力を利用して前記液体内で攪拌運動させるための攪拌駆動部を有する前記容体の載置台と、前記容体内の液体を加熱するための加熱手段と、前記容体内の液体の温度を検出するための温度検出手段と、前記温度検出手段による検出温度に基づいて、前記容体内の液体が所定温度に保たれるように前記加熱手段による加熱を制御するための加熱制御手段と、少なくとも前記試験管の底部を前記液体内に浸漬した状態で保持するための試験管保持手段と、前記試験管内に収容され前記第1の攪拌用磁石の磁力を受けてその第1の攪拌用磁石の攪拌運動に連動して攪拌運動してその試験管内の試料及び溶剤を攪拌する第2の攪拌用磁石とを備えた加熱攪拌装置。

【請求項2】 前記加熱手段が、前記液体内に浸漬されるように前記容体内に収容配置された請求項1記載の加熱攪拌装置。

【請求項3】 請求項1記載の加熱攪拌装置を用いて行うポリブチレンテレフタレート末端カルボキシル基定量法であって、請求項1記載の試料がポリブチレンテレフタレートであり、溶剤がベンジルアルコールであるポリブチレンテレフタレートの末端カルボキシル基定量法。

【請求項4】 試料及び溶剤を入れた試験管を加熱しながら攪拌するための加熱攪拌方法であって、載置台上に載置された容体内に加熱用の媒体となる液体を注入して、その液体を所定温度に加熱調整しながら、前記容体内に第1の攪拌用磁石を収容するとともに、前記試験管内に第2の攪拌用磁石を収容し、少なくとも前記試験管の底部を前記液体内に浸漬して保持した状態で、前記載置台に設けられた攪拌駆動部の駆動により、前記第1の攪拌用磁石及び前記第2の攪拌用磁石をそれらの磁力を利用して攪拌運動させて、前記容体内の液体と前記試験管内の試料及び溶剤をそれぞれ攪拌する加熱攪拌方法。

【請求項5】 請求項4記載の加熱攪拌方法を用いて行うポリブチレンテレフタレート末端カルボキシル基定量法であって、請求項4記載の試料がポリブチレンテレフタレートであり、溶剤がベンジルアルコールであるポリブチレンテレフタレートの末端カルボキシル基定量法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、試料及び溶剤を入れた試験管を加熱しながら攪拌するための加熱攪拌装置、加熱攪拌方法及びポリブチレンテレフタレートの末端カルボキシル基定量法に関する。

【0002】

【従来の技術】化学試験方法の一つとして、試料及び溶剤を入れた試験管を加熱しながら攪拌することによって、それら試料と溶剤との反応を試験する方法がある。

【0003】この場合、従来では、試料及び溶剤を入れた試験管を加熱された液体内に浸漬した状態でその試験管を手で振り混ぜて攪拌していた。

【0004】また、その加熱用の媒体となる液体の加熱は、その液体が注入された容体をヒーター等の加熱手段を設けた載置台上に載置して、その加熱手段により行っていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述のように試験管を手で振って攪拌した場合、試験者又は試験の毎に振り方に差が生じて、正確な試験結果を得難く、また、正確な試験結果を得ることができるまで熟練するのには相当の時間を要する。

【0006】そこで、この発明は上述したような問題を解決すべくなされたもので、個人差等生じることなくより正確な試験結果を得ることが可能な加熱攪拌装置、加熱攪拌方法及びポリブチレンテレフタレートの末端カルボキシル基定量法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するため、この発明の請求項1記載の加熱攪拌装置は、試料及び溶剤を入れた試験管を加熱しながら攪拌するための加熱攪拌装置であって、加熱用の媒体となる液体を注入するための容体と、前記容体内に収容されて、前記液体を攪拌するための第1の攪拌用磁石と、前記第1の攪拌用磁石の磁力を利用して前記液体内で攪拌運動させるための攪拌駆動部を有する前記容体の載置台と、前記容体内の液体を加熱するための加熱手段と、前記容体内の液体の温度を検出するための温度検出手段と、前記温度検出手段による検出温度に基づいて、前記容体内の液体が所定温度に保たれるように前記加熱手段による加熱を制御するための加熱制御手段と、少なくとも前記試験管の底部を前記液体内に浸漬した状態で保持するための試験管保持手段と、前記試験管内に収容され前記第1の攪拌用磁石の磁力を受けてその第1の攪拌用磁石の攪拌運動に連動して攪拌運動してその試験管内の試料及び溶剤を攪拌する第2の攪拌用磁石とを備える。

【0008】なお、請求項2記載のように、前記加熱手段が、前記液体内に浸漬されるように前記容体内に収容配置されていてもよい。

【0009】また、請求項3記載のように、上記加熱攪拌装置を用いて行うポリブチレンテレフタレートの末端

カルボキシル基定量法では、その試料をポリブチレンテレフタレートとし、溶剤をベンジルアルコールとするとよい。

【0010】この発明の請求項4記載の加熱攪拌方法は、試料及び溶剤を入れた試験管を加熱しながら攪拌するための加熱攪拌方法であって、載置台上に載置された容体内に加熱用の媒体となる液体を注入して、その液体を所定温度に加熱調整しながら、前記容体内に第1の攪拌用磁石を収容するとともに、前記試験管内に第2の攪拌用磁石を収容し、少なくとも前記試験管の底部を前記液体内に浸漬して保持した状態で、前記載置台に設けられた攪拌駆動部の駆動により、前記第1の攪拌用磁石及び前記第2の攪拌用磁石をそれらの磁力を利用して攪拌運動させて、前記容体内の液体と前記試験管内の試料及び溶剤をそれぞれ攪拌している。

【0011】また、請求項5記載のように、上記加熱攪拌方法を用いて行うポリブチレンテレフタレートの末端カルボキシル基定量法では、その試料をポリブチレンテレフタレート、その溶剤をベンジルアルコールとするとよい。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、この発明にかかる一実施形態の加熱攪拌装置について説明する。

【0013】この加熱攪拌装置は、図1及び図2に示すように、試料70及び溶剤72を入れた試験管60を加熱しながら攪拌するためのものであり、載置台10上に液体Lを注入した容体20が載置されてなる。

【0014】上記載置台10は、少なくとも上面12aが非磁性体により形成されたケース12内に、攪拌用モータ14及び攪拌駆動用磁石16からなる攪拌駆動部18が収容配置されてなる。

【0015】上記攪拌駆動用磁石16は、棒状の磁石であり、その長手方向をケース12の上面12aの略中央部直下に配設されている。この攪拌駆動用磁石16は、その中央部が攪拌用モータ14のモータ軸15に連結されており、これにより上下方向に沿った仮想回転軸Y周りに回転駆動されるように構成されている。なお、この攪拌用モータ14は、ケース12のフロント面に設けられたダイヤル11によって回転速度の調整が可能のように構成されている。

【0016】容体20は、ステンレス等の非磁性体により形成され、その中にシリコンオイル等の加熱用の媒体となる液体Lが注入されている。

【0017】この容体20の底部であって前記攪拌駆動用磁石16の真上の位置には、第1の攪拌用磁石として棒状の液体攪拌用磁石22が配設されている。この液体攪拌用磁石22は、攪拌駆動用磁石16からの磁力を受けて両端のS極及びN極が上記攪拌駆動用磁石16のS極及びN極と反対向きにして互いに引きつけ合うような位置関係に配置されており、その攪拌駆動用磁石16の

回転駆動により当該液体攪拌用磁石22が従動回転されて、容体20内の液体Lを攪拌する作用を果たす。

【0018】また、容体20内の液体Lの加熱用の機構として、その容体20に図示省略の一般的使用される取付手段を介して加熱手段24及び温度検出手段28が取付けられるとともに、容体20の外部に加熱制御手段40が設けられている。

【0019】上記温度検出手段28は、熱電対等よりなり、その下端部が容体20内の液体Lに浸漬される位置に取付けられており、液体Lの温度に応じた温度検出信号を加熱制御手段40に出力するように構成されている。

【0020】加熱手段24は、パイプ状のヒータの中間部を前記容体20の内周形状に合わせて螺旋状に巻回したもので、その螺旋状巻回部分が容体20底部の液体L内に浸漬される位置に配設されている。この加熱手段24は、加熱制御手段40を介して電源42に接続されており、その加熱制御手段40により通電の制御がなされるように構成されている。

【0021】加熱制御手段40は、上記温度検出手段28から入力される温度検出信号に基づいて前記加熱手段24の通電の制御を行う。即ち、その検出温度が予め設定された温度よりも低い場合には加熱手段24に通電して液体Lを加熱し、検出温度が前記設定温度よりも高い場合には加熱手段24への通電を停止して液体Lの加熱を停止し、これによりその液体Lが設定温度に保たれるように加熱手段24の加熱を制御するように構成されている。

【0022】また、容体20には、図示省略の一般的に使用される取付手段を介して、温度計32が取付けられており、この温度計32により本装置の使用者が液体Lの温度を確認することができるよう構成されている。

【0023】また、容体20の一側には、試験管保持手段としてスタンド及びクランプ34が設けられている

(図1ではクランプ34部分のみ図示)。このクランプ34は、攪拌駆動用磁石16からY軸に沿った上方位置で、試料70及び溶剤72を入れた試験管60の上端開口部近傍を把持可能なように構成され、この試験管60は、その底部を液体Lの中に浸漬して液体攪拌用磁石22の真上の位置に配設して、一定位置に保持される。

【0024】この試験管60内には、第1の攪拌用磁石として棒状の試料攪拌用磁石62が配設されている。この試料攪拌用磁石62は、試験管60の内径寸法よりも短寸に仕上げられており、液体攪拌用磁石22からの磁力を主に受けて、両端のS極及びN極が上記液体攪拌用磁石22のS極及びN極と反対向きにして互いに引きつけ合うような位置関係に配置される。そして、攪拌駆動用磁石16の回転駆動により前記液体攪拌用磁石22が回転されると、それに伴ってこの試料攪拌用磁石62も回転し、これにより、試験管60内の試料70及び溶剤

72が撹拌されるように構成されている。

【0025】次に、この加熱撹拌装置を用いた加熱撹拌方法について説明する。

【0026】まず、加熱制御手段40により加熱手段24への通電を制御することにより、容体20内に注入された液体Lを試験条件に応じた所定の試験温度に加熱調整する。

【0027】次に、試料撹拌用磁石62、試料70及びその溶剤72を入れた試験管60の下部を液体Lに浸漬して、その試験管60の上部をクランプ34により固定する。これにより、撹拌駆動用磁石16、液体撹拌用磁石22及び試料撹拌用磁石62は、Y軸上に沿って配置されることになる。

【0028】次に、撹拌用モータ14により撹拌駆動用磁石16を回転駆動させて液体撹拌用磁石22を回転させ、これにより液体Lを撹拌するとともに、さらにその液体撹拌用磁石22の磁力を利用して試料撹拌用磁石62を回転させることにより試験管60内の試料70及び溶剤72を撹拌する。

【0029】そして、試験条件に応じた時間、試験管60内の試料70及び溶剤72を撹拌し続けた後、撹拌用モータ14の回転を停止させて、試験管60をクランプ34から取外し、その試験管60内の試料70と溶剤72との反応を試験する。

【0030】以上のように構成された加熱撹拌装置及び加熱撹拌方法によると、撹拌用モータ14の回転運動を撹拌駆動用磁石16及び液体撹拌用磁石22を介して試験管60内の試料撹拌用磁石62に伝達することにより、その試料撹拌用磁石62を回転させているため、その試料撹拌用磁石62により試験管60内の試料70及び溶剤72が均一に撹拌されることになり、個人差等を生じることなく正確な試験結果を得ることが可能となるとともに、試験にあたっては試験者の疲労も少なく済み多数の試料を試験するのに好適である。

【0031】また、容体20内に注入された液体Lは、従来のように載置台に設けられた加熱手段からその容体20の底部を介して間接的に加熱されるのではなく、その液体L内に浸漬された加熱手段24により直接的に加熱されるため、その液体Lを効率よく加熱することが可能となる。

【0032】さらに、その容体20内の液体Lを液体撹拌用磁石22により撹拌しながら、加熱手段24、温度検出手段28及び加熱制御手段40により、液体Lの温度が一定の試験温度で保たれるようにしているため、その容体20内で液体Lの温度が均一化されるとともに、外部温度の影響を除去して温度の安定化が図られる。

【0033】ところで、この加熱撹拌装置及び加熱撹拌方法は、例えば、次に説明するような試験方法において用いることができる。

【0034】即ち、コネクタ等を使用されるPBTは、

その合成の際、ブチレングリコールを過剰に加えるため、通常、末端基は(—OH)であり、加水分解等の作用によってその末端に(—COOH)(カルボキシル基)が生成する。従って、その末端カルボキシル基量が分解の尺度となるため、その量を測定することによりPBTの劣化度を測定することができる。

【0035】ここで、PBTの末端カルボキシル基定量法として、例えば、Pohlの方法によるものがある。

【0036】Pohlの方法とは、文献Pohl, H. A 「Anal. Chem.」 vol26, No.10, 1614-1616(1954)に開示されているように、次のような方法である。

【0037】まず、試料であるPBTを0.2gとベンジルアルコール5mlを試験管に入れ、215℃で所定時間(1.8分, 10分, 20分)、撹拌しながら加熱溶解する。そして、その試験管内の液をクロロホルム10mlを入れたビーカーに注ぎ入れ、0.025Nの水酸化ナトリウム/ベンジルアルコール溶液(予め0.01NのHClで標定を行っておく)で滴定を行い、加熱時間毎の末端カルボキシル基量(eq./10⁶g)を求める。加熱溶解時間が長くなると試料の末端カルボキシル基量が増加していくため、加熱時間tをx軸、その時の末端カルボキシル基量をy軸にとったグラフよりt=0に外挿した値(各加熱時間t毎の末端カルボキシル基量を結んだ線がy軸と交わる値)を試料の末端カルボキシル基量とするものである。

【0038】このような定量法では、加熱温度が変わると、末端カルボキシル基量が変わるため、増加量を一定にするため、その設定温度及びその温度の安定性が重要である。

【0039】また、試験管の中の溶剤と試料とが均一に撹拌されなければ、両者が完全に溶解されなくなって、正確な測定結果を得られなくなるため、均一に撹拌することは重要である。

【0040】そこで、このような定量を上記加熱撹拌装置及び加熱撹拌方法を用いて行い、即ち、試験管60に上記試料撹拌用磁石62、試料70としてのPBT及び溶剤72としてのベンジルアルコールを入れ、この試験管60をクランプ34により保持してその底部を液体Lに浸漬した状態で、試料撹拌用磁石62を前記所定期間回転させることにより、前記試験管60内の試料70及び溶剤72を加熱撹拌する。これにより、安定した加熱温度で、試験管60内の試料70及び溶剤72を均一に撹拌することができるため、正確な試験結果を得ることができる。

【0041】<実施例>以下に、上記加熱撹拌装置及び加熱撹拌方法を用いて、実際に、PBTの末端カルボキシル基の定量を実際に行った。

【0042】この際、加熱撹拌装置の容体20としては直径寸法160mm、高さ寸法160mmのステンレス製のものを用い、これに注入される液体Lとしてシリコ

ーンオイルを用いた。容体20内には、直径10mm、長さ寸法35mmの液体攪拌用磁石22を入れた。また、試験管60は直径寸法15mm、長さ寸法150mmのものをいい、この中に入れられる試料攪拌用磁石62には、直径寸法4mm、長さ寸法10mmのものをを用いた。加熱手段24には、1000Wタイプのパイプヒーターを用い、攪拌用モータ14の回転速度は、1200r.p.mとした。

【0043】試料としては、T社及びD社から提供される2種類のPBTコンパウンドから、それぞれレジン（ポリマー）のみを取り出した試料T、Dを用いた。

【0044】ここで、PBTコンパウンドから、それぞれレジンのみを取り出すのは、一般に市販のPBTコンパウンドには、熱安定性や強度向上等の機能性を付与するための添加剤が添加されているため、このように添加剤を含んだものを試料にして末端カルボキシル基の定量を行うと正しい結果を得ることができないからである。

【0045】具体的に、添加剤を取り除いてレジンを分離するために以下のように行った。

【0046】まず、PBTコンパウンドを1,1,1,2,2,2-ヘキサフルオロイソプロパノール（HFIP）に溶解させて、これを汙過した。そして、PBT及び無機系添加剤が溶解している汙液にメタノール（汙液の約3倍の量のメタノール）を添加して、PBTレジンを析出させた。最後に、これを汉過することにより、PBTレジンを得た。

【0047】そして、このように取出された試料D、Tに対して、液体Lが215℃となるように加熱制御手段40を設定して、上記Pohlの方法に従ってPBTの末端カルボキシル基の定量を行う。なお、このとき、温度計32により液体Lの温度を確認すると、215±2℃の範囲で安定したものであった。

【0048】なお、比較対象として、熟練者が手で試験管60を振って、その試験管60内の試料70及び溶剤72を加熱しながら攪拌する方法によるものも行った。

【0049】その結果、試料Tのカルボキシル基量は、この発明に係る加熱攪拌装置及び加熱攪拌方法を用いた場合は27.2eq./10⁶gと測定され、熟練者による場合は27.0eq./10⁶gと測定された。また、試料Dのカルボキシル基量は、この発明に係る加熱攪拌装置及び加熱攪拌方法を用いた場合は42.6eq./10⁶g、熟練者による場合には43.0eq./10⁶gと測定された。

【0050】このように、本発明に係る加熱攪拌装置及び加熱攪拌方法を用いた測定結果と、熟練者によって得られた測定結果とは、ほとんど同じ値であることがわかる。

【0051】よって、上記加熱攪拌装置及び加熱攪拌方法を用いることにより、個人差等生じることなく効率的に正確な試験結果を得ることが可能となることがわかる。

【0052】

【発明の効果】以上のように、この発明の請求項1記載の加熱攪拌装置によると、少なくとも試験管の底部を液体内に浸漬した状態で保持するための試験管保持手段と、この試験管内に収容され第1の攪拌用磁石の磁力を受けてその第1の攪拌用磁石の攪拌運動に連動してその試験管内の試料及び溶剤を攪拌するための第2の攪拌用磁石とを備えているため、その第2の攪拌用磁石により試験管内の試料及び溶剤が均一に攪拌されることになり、個人差等生じることなく正確な試験結果を得ることが可能となる。

【0053】また、請求項2記載のように、加熱手段が、前記液体内に浸漬されるように容体に収容配置されていると、その液体を効率的に加熱することが可能となる。

【0054】なお、請求項3記載のポリブチレンテレフタレート末端カルボキシル基定量法によると、試験管内で試料であるポリブチレンテレフタレート及びその溶剤が均一に攪拌されるため、個人差等生じることなく、正確な末端カルボキシル基量を定量することができる。

【0055】また、この発明の請求項3記載の加熱攪拌方法によると、載置台上に載置された容体内に加熱用の媒体となる液体を注入して、その液体を所定温度に加熱調整しながら、容体内に第1の攪拌用磁石を収容するとともに、試験管内に第2の攪拌用磁石を収容し、少なくとも前記試験管の底部を液体内に浸漬して保持した状態で、載置台に設けられた攪拌駆動部の駆動により、第1の攪拌用磁石及び第2の攪拌用磁石をそれらの磁力を利用して攪拌運動させて、容体内の液体と試験管内の試料及び溶剤をそれぞれ攪拌しているため、SPMP第2の攪拌用磁石により試験管内の試料及び溶剤が均一に攪拌されることになり、個人差等生じることなく正確な試験結果を得ることが可能となる。

【0056】また、請求項5記載のポリブチレンテレフタレート末端カルボキシル基定量法によると、試験管内で試料ポリブチレンテレフタレート及びその溶剤が均一に攪拌されるため、個人差等生じることなく、正確な末端カルボキシル基量を定量することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明にかかる一実施形態の加熱攪拌装置を示す正面図である。

【図2】同上の加熱攪拌装置の要部拡大断面図である

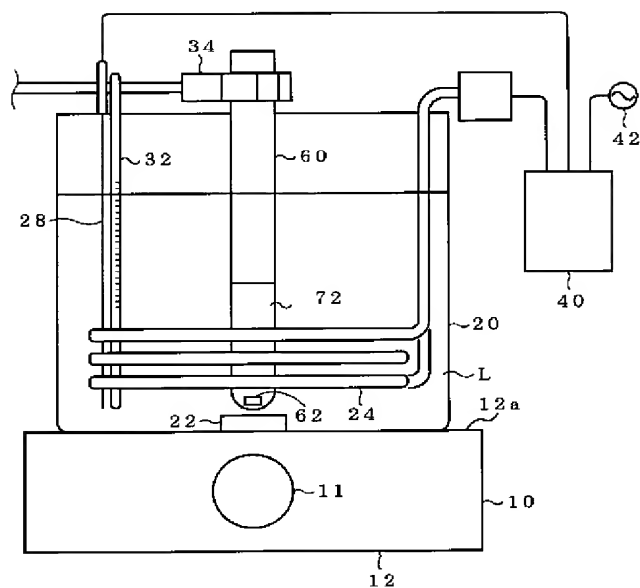
【符号の説明】

- 10 載置台
- 20 容体
- 22 液体攪拌用磁石
- 24 加熱手段
- 28 温度検出手段
- 34 クランプ
- 40 加熱制御手段

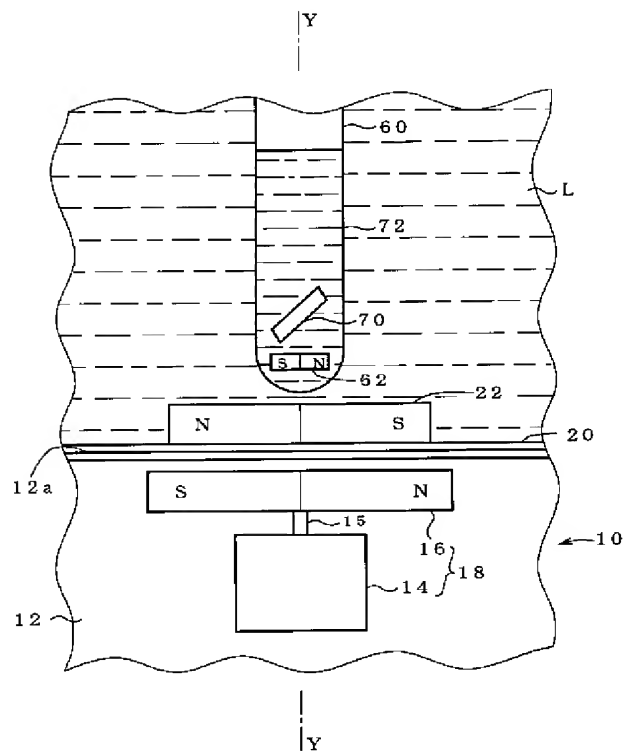
60 試験管
62 試料攪拌用磁石
70 試料

72 溶剤
L 液体

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 長谷 達也
三重県四日市市西末広町1番14号 住友電
装株式会社内

(72)発明者 南 博昭
三重県四日市市西末広町1番14号 住友電
装株式会社内

PAT-NO: JP411244681A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11244681 A
TITLE: HEATING AGITATION DEVICE,
HEATING AGITATION AND
DETERMINATION OF TERMINAL
CARBOXYL GROUP OF POLY
BUTYLENE-TEREPHTHALATE
PUBN-DATE: September 14, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KAWAMURA, KENICHI	N/A
MANABE, NORIO	N/A
YOKOTA, YOSHIMITSU	N/A
HASE, TATSUYA	N/A
MINAMI, HIROAKI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUMITOMO WIRING SYST LTD	N/A

APPL-NO: JP10051931
APPL-DATE: March 4, 1998

INT-CL (IPC): B01F013/08 , B01F015/06 , G01N001/36

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a more exact test result

without generating personal difference or the like.

SOLUTION: Liquid L being a medium for heating is poured into a container 20 mounted on a mounting table 10. The liquid L is kept at a specified temp. by a heating means 24, a temp. detection means 28, and a heating control means 40. A liquid agitation magnet 22 is provided in the container 20 and also a sample agitation magnetic 62 is provided in a test tube 60 immersed in the liquid L. The liquid agitation magnet 22 and the sample agitation magnet 62 are rotated by rotating drive of an agitation driving part provided on the mounting table 10, and the liquid L in the container 20 is stirred and also a sample and the solvent in the test tube 60 are stirred.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO